

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-12709

(P2003-12709A)

(43)公開日 平成15年1月15日(2003.1.15)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
C 0 8 F 2/44		C 0 8 F 2/44	A 2 C 0 5 6
B 4 1 J 2/01		B 4 1 M 5/00	A 2 H 0 8 6
B 4 1 M 5/00			E 4 J 0 1 1
		C 0 8 F 2/01	4 J 0 3 9
C 0 8 F 2/01		2/18	
審査請求 未請求 請求項の数22 O L (全 13 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号	特願2001-199969(P2001-199969)	(71)出願人	000001007 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(22)出願日	平成13年6月29日(2001.6.29)	(72)発明者	弘 正明 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ ノン株式会社内
		(72)発明者	高井 秀幸 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ ノン株式会社内
		(74)代理人	100077698 弁理士 吉田 勝広 (外1名)
		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 着色樹脂微粒子水分散体及びその製造方法、着色樹脂微粒子及びその製造方法、インク、記録ユニット、インクカートリッジ、インクジェット記録装置及びインクジェット記録方法

(57)【要約】

【目的】 耐水性と耐候性、耐さっか性を備え、更には発色性の高い画像を与え、且つ分散安定性にも優れた、インクの色材として有用な着色樹脂微粒子とその製造方法の提供。

【解決手段】 (i) 重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤及び重合開始剤を水性媒体中に、高粘度塗料用混合機を用いて転相乳化する工程；及び(ii) 該重合性不飽和単量体を重合する工程、を有することを特徴とする着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (i) 重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤及び重合開始剤を水性媒体中に、高粘度塗料用混合機を用いて転相乳化する工程；及び(ii) 該重合性不飽和単量体を重合する工程、を有することを特徴とする着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【請求項2】 該工程(i)において、高速剪断型乳化機を更に用いる請求項1に記載の着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【請求項3】 該乳化剤が、反応性乳化剤である請求項1又は2に記載の着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【請求項4】 該着色剤が、顔料である請求項1又は2に記載の着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【請求項5】 該着色剤が、予め非水溶性樹脂によって被覆されている顔料である請求項4に記載の着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【請求項6】 該非水溶性樹脂が、ビニル樹脂、セルロース樹脂及びアクリル樹脂からなる群から選択される少なくとも1つの樹脂である請求項5に記載の着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【請求項7】 該非水溶性樹脂が、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体である請求項5に記載の着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【請求項8】 該重合開始剤が、重合性不飽和単量体に可溶な油溶性重合開始剤であり、該工程(ii)における重合の方法が懸濁重合法である請求項1～7のいずれか1項に記載の着色樹脂微粒子水分散体の製造方法。

【請求項9】 請求項1～8のいずれか1項に記載の方法で得られたことを特徴とする着色樹脂微粒子水分散体。

【請求項10】 (i) 重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤及び重合開始剤を水性媒体中に、高粘度塗料用混合機を用いて転相乳化する工程；及び(ii) 該重合性不飽和単量体を重合する工程、を有することを特徴とする着色樹脂微粒子の製造方法。

【請求項11】 該工程(i)において、高速剪断型乳化機を更に用いる請求項10に記載の着色樹脂微粒子の製造方法。

【請求項12】 該水性媒体を除去する工程を、該工程(i)及び(ii)の後に行う請求項10又は11に記載の着色樹脂微粒子の製造方法。

【請求項13】 請求項10～12のいずれか1項に記載の方法で得られたことを特徴とする着色樹脂微粒子。

【請求項14】 請求項9に記載の着色樹脂微粒子水分散体を含んでいることを特徴とするインク。

【請求項15】 請求項13に記載の着色樹脂微粒子及び液媒体を含んでいることを特徴とするインク。

【請求項16】 該液媒体が水性媒体である請求項15に記載のインク。

【請求項17】 該液媒体が油性媒体である請求項15

に記載のインク。

【請求項18】 該インクが、インクジェット記録用である請求項14～17のいずれか1項に記載のインク。

【請求項19】 請求項18に記載のインクを収容しているインク収容部及び該インクを吐出するためのヘッド部を具備していることを特徴とする記録ユニット。

【請求項20】 請求項14～18のいずれか1項に記載のインクを収容しているインク収容部を具備していることを特徴とするインクカートリッジ。

【請求項21】 請求項18に記載のインクを収容しているインク収容部と、該インクを吐出するための記録ヘッドとを具備していることを特徴とするインクジェット記録装置。

【請求項22】 請求項16に記載のインクをインクジェット法で吐出させる工程を有することを特徴とするインクジェット記録方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、耐水性と耐候性、耐擦過性を備えた画像を与え、且つ分散安定性にも優れたインクの色材として有用な着色樹脂微粒子、その水分散体及びそれらの製造方法に関する。又、本発明は、耐水性と耐候性、耐擦過性を備えた画像を与え、且つ分散安定性にも優れ、インクジェット記録に用いたときの記録ヘッドからの吐出安定性にも優れたインクに関する。更に本発明は、記録ユニット、インクカートリッジ、インクジェット記録装置並びにインクジェット記録方法に関する。

【0002】

【従来の技術】インクジェット記録方法は、インクを飛翔させ、紙等の被記録媒体にインクを付着させて記録を行うものである。例えば、特公昭61-59911号公報、特公昭61-59912号公報及び特公昭61-59914号公報において開示されている、吐出エネルギー供給手段として電気熱変換体を用い、熱エネルギーをインクに与えて気泡を発生させることにより液滴を吐出させる方式のインクジェット記録方法によれば、記録ヘッドの高密度マルチオリフィス化を容易に実現することができ、高解像度及び高品位の画像を高速で記録することができる。

【0003】ところで、従来のインクジェット記録方法に用いられるインク中の色材としては、例えば、水溶性染料が使用されているが、かかるインクによる記録画像は、より一層の耐水性の向上が求められている。又、これまでの水溶性染料は耐候性が不十分であり、耐候性の向上も同時に求められている。

【0004】これに対し、耐水性と耐候性を改良する手段として、色材として顔料を使用し水中に分散させてインクとする技術がある。しかし、顔料の分散安定性とインクジェット記録の吐出安定性を両立させることは困難

であり、又、顔料インクによって得られた記録画像は、特に普通紙上での耐擦過性において未だ改良の余地が残されている。そして、このような課題を改良する手段が現在までに多数提案されている。

【0005】例えば、耐擦過性を改良する目的で顔料インクに対し樹脂を添加する技術が多数提案されている。しかし、添加する樹脂によりインクの粘度が増加する問題が残されていた。インクの粘度増加を抑える目的でインクに樹脂粒子を添加する技術の提案がなされているが、インク中では樹脂粒子と顔料が別々に分散されている状態であるため、得られる画像の耐擦過性の改良は不十分であった。

【0006】これに対し、顔料を樹脂で被覆する技術が提案されている。樹脂の疎水部と親水部とを制御することにより、顔料への吸着性を高めようとする技術が多数提案されてきているが、この製法では顔料に吸着しないで浮遊する樹脂が系内に残存してしまい、それによってインクの粘度増加が引き起こされたり、インクの吐出性が損なわれることがあった。

【0007】このようなフリーの樹脂を残存させない製法として、樹脂を作成する前の単量体の段階から顔料を添加し、顔料の存在下で重合を行い、顔料を樹脂で被覆させる技術の提案がなされている。

【0008】例えば、特開平9-279073号公報には、不飽和単量体にこれと親和性のある着色剤を添加し乳化重合して着色樹脂微粒子を得る技術が開示され、又、特開平11-12512号公報には、エチレン性不飽和単量体に顔料を添加し、乳化重合してインクジェット用インクを得る技術が開示されている。

【0009】しかしながら、本発明者らの検討によれば、不飽和単量体と顔料とを乳化させた時点での分散安定性を得ることは非常に困難であり、この時点で分散安定性が不十分であった場合には、得られた分散体も安定性の低いものになってしまうことが懸念された。

【0010】例えば、上記した特開平9-279073号公報に記載の着色樹脂粒子は、明細書の記載によれば、製造方法は慣用の乳化重合法に準じて行うことができるとあり、又、実施例においても単量体と着色剤とを混和させた後、そのまま乳化剤が添加された水中に乳化を行い、乳化重合を行うことによって製造されている。

【0011】しかし、本発明者らの検討によれば、単量体と着色剤との混合液が剪断されながら重合が進むため、剪断の違いによって粒子径が異なってしまい、この方法では均一に小粒径の着色樹脂粒子を得ることが困難であると推測された。又、特開平11-12512号公報に記載のインクジェット用インクは、明細書の記載によれば乳化重合を行う際に、パイプラインミキサー等を用いて0.5 μ m以下のモノマー油滴を作成する方法が記載されている。しかし、本発明者らの検討によれば、機械的な分散だけでは粒子径の分布を狭くすることは困

難であり、又、強力な機械的剪断力を与えてしまうと、粒子径の経時安定性が損なわれることが推測された。

【0012】又、上記の公報の方法では、実施例のように重合性不飽和単量体と顔料の質量割合は、およそ10/1程度であり、このような低顔料濃度では、インクにした際に十分な画像濃度が得られない。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】このように本発明者らは従来の技術の検討から、インクジェット用インクにおいて耐水性や耐候性のみならず、耐擦過性と、更には分散安定性や吐出安定性に関して、より一層の改善を図るためにこれまでとは異なる新たな技術開発が必要であるとの結論に至ったものである。

【0014】そこで本発明者らは検討を重ねた結果、色材に着色樹脂微粒子を用いたことのメリットを活かしつつ、従来の着色樹脂微粒子の製造方法における前記の課題を解決し得る技術として、少なくとも重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤及び重合開始剤を水性媒体中に乳化し、これを重合して着色樹脂微粒子を製造する方法において、該乳化工程に転相乳化法を用いることを見出した。

【0015】本発明は、転相乳化法を用いた着色樹脂微粒子水分散体の製造にあたって、着色樹脂微粒子の粒度分布がより狭く、インク化したときの当該インクの保存安定性や吐出安定性をより一層優れたものとすることができる技術について検討を重ねた結果なされたものである。従って、本発明の目的は、耐水性と耐候性、耐擦過性を備え、更には発色性の高い画像を与え、且つ分散安定性にも極めて優れた、インクの色材として有用な着色樹脂微粒子水分散体及びその製造方法を提供する点にある。又、本発明の他の目的は、着色性に優れ、粒径が小さくて均一化されており、インク化に適している着色樹脂微粒子並びにその製造方法を提供する点にある。本発明の他の目的は、発色性の高い画像を与え、且つ分散安定性にも優れ、インクジェット記録に用いたときの記録ヘッドからの吐出安定性にも非常に優れたインクを提供する点にある。本発明の他の目的は、耐水性、耐候性、耐擦過性を備え、又、発色性の高い画像をより安定に形成することのできるインクジェット記録装置、及びそれに用いることのできる記録ユニット及びインクカートリッジを提供する点にある。本発明の更に他の目的は、耐水性、耐候性、耐擦過性を備え、発色性の高い画像をより安定して形成することのできるインクジェット記録方法を提供する点にある。

【0016】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するために、本発明者らは検討を重ねた結果、色材に着色樹脂微粒子を用いたことのメリットを活かしつつ、着色剤の比率を高めた際に生じる転相時のチキソ性の高い系での着色樹脂微粒子の製造方法の課題を解決し得る技術を見出

し、本発明に至った。

【0017】即ち、本発明の一態様は、(i) 重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤及び重合開始剤を水性媒体中に、高粘度塗料用混合機を用いて転相乳化する工程；及び(ii) 該重合性不飽和単量体を重合する工程、を有することを特徴とする着色樹脂微粒子水分散体の製造方法を提供する。

【0018】上記本発明においては、乳化剤が反応性乳化剤であること；着色剤が顔料であること；着色剤が予め非水溶性樹脂によって被覆された顔料であること；非水溶性樹脂がビニル樹脂、セルロース樹脂及びアクリル樹脂からなる群から選択される少なくとも1つの樹脂であること；非水溶性樹脂が塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体であること；及び重合開始剤が重合性不飽和単量体に可溶な油性重合開始剤であり、重合方法が懸濁重合法であることが好ましい。

【0019】又、本発明の他の態様は、上記の着色樹脂微粒子水分散体の製造方法で得られたことを特徴とする着色樹脂微粒子水分散体を提供する。又、本発明の他の態様は、(i) 重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤及び重合開始剤を水性媒体中に、高粘度塗料用混合機を用いて転相乳化する工程；及び(ii) 該重合性不飽和単量体を重合する工程、を有することを特徴とする着色樹脂微粒子の製造方法を提供する。又、本発明の他の態様は、上記の着色樹脂微粒子の製造方法で得られたことを特徴とする着色樹脂微粒子を提供する。又、本発明の他の態様は、上記の着色樹脂微粒子水分散体を含んでいることを特徴とするインクを提供する。又、本発明の他の態様は、上記の着色樹脂微粒子と液媒体とを含んでいることを特徴とするインクを提供する。そしてこれらのインクはインクジェット用のインクとすることができる。

【0020】又、本発明の他の態様は、上記のインクジェット用インクを収容しているインク収容部及び該インクを吐出するためのヘッド部を具備していることを特徴とする記録ユニットを提供する。又、本発明の他の態様は、上記のインクを収容しているインク収容部を具備していることを特徴とするインクカートリッジを提供する。又、本発明の他の態様は、上記のインクジェット用インクを収容しているインク収容部と、該インクを吐出するための記録ヘッドとを具備していることを特徴とするインクジェット記録装置を提供する。又、本発明の他の態様は、上記のインクジェット用インクをインクジェット法で吐出させる工程を有することを特徴とするインクジェット記録方法を提供する。

【0021】

【発明の実施の形態】次に好ましい実施の形態を挙げて本発明を更に詳しく説明する。本発明の実施態様にかかる着色樹脂微粒子の製造方法は、少なくとも重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤及び重合開始剤を水性媒体中に乳化し、これを重合して着色樹脂微粒子を製造する方

法において、上記乳化工程に高粘度塗料用混合機、又は該混合機と高速剪断型乳化機とを用いて転相乳化を行なう点に一つの特徴を有している。

【0022】乳化方法としては一般に、水に乳化剤を添加しておき、これに油成分を加えて分散機等で攪拌する方法（以降、直接乳化法と呼ぶ）、油成分に乳化剤を添加しておきこれを多量の水中に投入する方法（以降、自然乳化法と呼ぶ）、及び転相乳化法が挙げられる。直接乳化法は分散機を用いて強力な剪断力をかけることで、エマルジョン粒子を粉砕させ乳化させる方法であり比較的容易に乳化物を得ることができる。

【0023】しかしながら、エマルジョン粒子に均等に剪断力がかからなかった場合は粒子径分布が広がってしまい、又、小粒径の粒子を得るために強力な剪断力をかけるほど経時安定性が損なわれてしまうことが知られている。又、自然乳化法では水に投入しただけで乳化するものであるが、乳化剤の選択に高度の専門知識が必要であり、あらゆる物質への応用ができるとは限らない。

【0024】これに比べて転相乳化法とは、乳化剤を加えた液状の油類に攪拌しながら少しずつ水を加えていく方法である。油滴に水を加えていくと最初はW/O型エマルジョンが作成され、水の量が増すにつれて増粘し、やがてO/W型エマルジョンに転相する。転相乳化法の特徴は、この転相点を通過することにある。即ち、粒子とそれを分散していた連続相が入れ替わる転相点で十分に剪断力をかけて攪拌することで、非常に粒径分布が狭い均一な小粒径のエマルジョンを得ることができる。又、転相乳化法で得られたエマルジョンは、安定性に特に優れていることが知られている。

【0025】しかしながら、上述したように、転相時の増粘が大きくチキソ性が強いと通常の攪拌等では均一な攪拌ができないために粒径の不揃い、凝集物が発生し、この解決のために特殊な攪拌混合機を用いる。

【0026】本発明の実施態様にかかる高粘度塗料用混合機は、以下のような市販されている各種のものを用いることができ、スケールアップにあたっては同様の構造及び形式のものを用いることができる。例えば、高粘度用卓上ニーダー（入江商会社製 商品名 PNシリーズ、PNVシリーズ、PBVシリーズ）、高粘度用机上式ニーダー（フリッチェ・ジャパン社製 商品名 HKDシリーズ）、実験用分解型ニーダー（三喜製作所社製 商品名 SNDシリーズ）、分解式卓上型ニーダー（三喜製作所社製 商品名 SNTシリーズ）、実験用ワグナー型ニーダー（三喜製作所社製 商品名 NDシリーズ）、混練機プラネタリーミキサー（浅田鉄工所社製 商品名 PVMシリーズ、PVM-D）、ニーダー（商品名 佐竹化学機械工業社製）等を挙げることができる。又、アンカーミキサーのようにアンカー型攪拌翼により均一混合できるものも用いることができる。

【0027】本発明の実施態様にかかる高速剪断型乳化

機は、以下のような市販されている各種のものを用いることができ、スケールアップにあたっては同様の構造及び形式のものを用いることができる。例えば、ハイシェアミキサー（商品名 シルバーソン社製、I K A社製等）、ホモミキサー（商品名 特殊機化工業社製、ミズホ工業社製等）、ハイレックスディスパーサー（商品名 エスエムデー社製）、クレアミックス（商品名 エム・テック社製）、キャビトロ（商品名大平洋機工社製）等を挙げることができる。

【0028】高粘度塗料用混合機と高速剪断型乳化機との併用にあたっては、上記装置の中から1種又はそれ以上のものを選択して組み合わせる用いることが望ましい。又、以下のような両者が組み合わされた市販の装置を用いることもでき、コンビミキサー（浅田鉄工所社製 商品名 コンビミキサー）、ハーモテック（商品名エム・テック社製）等を挙げることができる。

【0029】本発明の実施態様にかかる着色樹脂微粒子の製造方法には、少なくとも重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤及び重合開始剤を用いる。以下に夫々の構成要件を説明する。

【0030】（重合性不飽和単量体）重合性不飽和単量体としては、ビニル芳香族炭化水素、（メタ）アクリル酸エステル類、（メタ）アクリルアミド、アルキル置換（メタ）アクリルアミド、N-置換マレイミド、無水マレイン酸、（メタ）アクリロニトリル、メチルビニルケトン、酢酸ビニル、塩化ビニリデン等が挙げられる。

【0031】ビニル芳香族炭化水素の具体例としては、例えば、スチレン、 α -メチルスチレン、o, m, p-クロロスチレン、p-エチルスチレン、ジビニルベンゼン等の単独又は2種以上の組み合わせを挙げることができるが、これに限定されるものではない。又、（メタ）アクリル酸エステル系単量体の具体例としては、例えばアクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸-2-エチルヘキシル、アクリル酸シクロヘキシル、アクリル酸フェニル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸ヘキシル、メタクリル酸-2-エチルヘキシル、 β -ヒドロキシアクリル酸エチル、 γ -ヒドロキシアクリル酸プロピル、 δ -ヒドロキシアクリル酸ブチル、 β -ヒドロキシメタクリル酸エチル、エチレングリコールジメタクリル酸エステル、又はテトラエチレングリコールジメタクリル酸エステル等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0032】これらの重合性不飽和単量体は1種又は2種以上の組み合わせで使用することができる。勿論、得られる着色樹脂微粒子の性質を用途に応じて改善を行うため、少量の水溶性単量体を加えて重合させてもよい。

【0033】水溶性単量体としては、スルホン酸基、リン酸基、カルボン酸基等のアニオン性基を有するもの等が挙げられ、これらの酸は、ナトリウム塩等のアルカリ金属塩、アンモニウム塩、アミン塩等の形で遊離酸の

形でもよく、その適当な例は、スチレンスルホン酸、スチレンスルホン酸ナトリウム、2-アクリルアミド-2-メチルプロペンスルホン酸、2-ヒドロキシメチルメタクリロイルホスフェート、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルメタクリロイルホスフェート、アクリル酸、メタクリル酸、フマル酸、クロトン酸、テトラヒドロテレフタル酸、イタコン酸、マレイン酸等である。

【0034】（着色剤）着色剤としては、不飽和単量体に溶解若しくは分散し得るものが選択され、染料、顔料及び加工顔料等が挙げられる。ここで加工顔料とは、顔料表面に少なくとも1つの官能基が直接若しくは他の原子団を介して結合している自己分散型顔料や、顔料分散剤や樹脂により被覆された顔料等、通常の顔料製造工程に更なる機能付加を期待した工程を付与したものを総称して示すこととする。本発明においては、顔料及び加工顔料が耐候性に優れるため好適に用いられる。又、顔料を用いる場合には不飽和単量体への分散性を考慮すると、使用する不飽和単量体と相溶性のある非水溶性樹脂で予め被覆した顔料が特に好ましい。

【0035】本発明で使用する顔料には特に限定はないが、例えば、以下に説明する顔料が好適に使用できる。まず、ブラック顔料のカーボンブラックとしては、ファーネス法やチャンネル法で製造されたカーボンブラックで、一次粒径が15~40nm、BET法による比表面積が50~300m²/g、DBP吸油量が40~150ml/100g、揮発分が0.5~10質量%、pH値が2~9を有するものが好ましい。

【0036】このようなものとしては、例えば、No. 2300、No. 900、MCF88、No. 40、No. 52、MA7、MA8、No. 2200B（商品名以上、三菱化成製）、RAVEN1255（商品名コロンビア製）、REGAL400R、REGAL660R、MOGUL L（商品名以上、キヤボット製）、Color Black FW1、Color Black FW18、Color Black S170、Color Black S150、Printex 35、Printex U（商品名以上、デグッサ製）等の市販品を使用することができる。又、本発明のために新たに試作されたものでもよい。

【0037】イエロー顔料としては、例えば、C. I. Pigment Yellow 1、C. I. Pigment Yellow 2、C. I. Pigment Yellow 3、C. I. Pigment Yellow 13、C. I. Pigment Yellow 16、C. I. Pigment Yellow 83等が挙げられる。

【0038】マゼンタ顔料としては、例えば、C. I. Pigment Red 5、C. I. Pigment Red 7、C. I. Pigment Red 12、C. I. Pigment Red 48 (Ca)、

C. I. Pigment Red 48 (Mn)、C. I. Pigment Red 57 (Ca)、C. I. Pigment Red 112、C. I. Pigment Red 122、C. I. Pigment Violet 19等が挙げられる。マゼンタ顔料としては特にキナクリドン系顔料が好ましい。

【0039】シアン顔料としては、例えば、C. I. Pigment Blue 1、C. I. Pigment Blue 2、C. I. Pigment Blue 3、C. I. Pigment Blue 15:3、C. I. Pigment Blue 16、C. I. Pigment Blue 22、C. I. Vat Blue 4、C. I. Vat Blue 6等が挙げられる。シアン顔料としては特にフクロシアニン系顔料が好ましい。又、上記いずれの色の色材に関しても、本発明のために新たに製造されたものでも使用可能である。

【0040】本発明で使用する加工顔料は、使用する不飽和単量体と相溶性があるものが選択され、特に不飽和単量体への分散性を向上させるための表面処理を施したものが好ましい。更には、不飽和単量体と相溶性のある非水溶性樹脂によって予め表面を被覆した顔料が好ましい。このようなものとして、例えば、具体的には顔料と樹脂を2本ロール等で加熱下に混練したカラーチップ（商品名 太平化学製、大成化工製等）と呼ばれるものや、マイクロリス（商品名 チバスペシャリティーケミカルズ製）といった市販の加工顔料を使用することができる。又、顔料を樹脂溶液に分散しここに貧溶媒を加えて樹脂を顔料表面に析出させる単純コアセルベーション法等、公知のいかなる方法によって得られるものを使用することもできる。

【0041】顔料を被覆する非水溶性樹脂は、使用する顔料への吸着性及び使用する重合性不飽和単量体への溶解性から自由に選択されるが、特に塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂、ポリビニルアセタール樹脂等のビニル樹脂とセルロース樹脂及びアクリル樹脂等が好ましく、中でも塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂が、重合性不飽和単量体中に顔料を微粒安定化する上で最も適している。又、必要に応じて2種以上の非水溶性樹脂を組み合わせ使用しても構わない。

【0042】（乳化剤）本発明で使用する乳化剤は、ノニオン性、アニオン性又は両者を含有するものを使用してもよい。しかしながら、本発明の特徴である転相乳化法には多量の乳化剤を使用することが多く、生成した着色樹脂微粒子の分散体にもフリーの乳化剤が残存する可能性が高い。従ってフリーの乳化剤を低減させてインクの浸透性を制御し、更に記録画像の耐水性を向上させるためには反応性乳化剤を使用するのが好ましい。

【0043】反応性乳化剤とは、分子内に不飽和二重結合を少なくとも1種以上有するアニオン性、ノニオン性

の乳化剤であり、例えば、スルホコハク酸エステル系、アルキルフェノールエーテル系等が挙げられる。ノニオン性の反応性乳化剤としては、分子内にポリオキシエチレン基を有するものが挙げられる。具体的には、ポリオキシエチレンアリルグリシジルノニルフェニルエーテル「アデカリアソープNE」（商品名 旭電化（株）製）、ポリオキシエチレンノニルプロペニルエーテル「アクアロンRN」（商品名 第一工業製薬（株）製）等が挙げられる。

【0044】アニオン性の反応性乳化剤としては、例えば、スルホン酸（塩）型、カルボン酸（塩）型、燐酸エステル型等が挙げられる。具体的には、ポリオキシエチレンアリルグリシジルノニルフェニルエーテルの硫酸エステル塩「アデカリアソープSE」（商品名 旭電化（株）製）、ポリオキシエチレンノニルプロペニルエーテルの硫酸エステル塩「アクアロンHS」、「アクアロンBC」（商品名 第一工業製薬（株）製）等、又、その他の構造をもつものとして「エレミノールJS-2」、「エレミノールRS-30」（商品名 三洋化成工業（株）製）、「ラテムル」（商品名 花王（株）製）、「ニューフロンティア」（商品名 第一工業製薬（株）製）等が挙げられるがこれに限られるものではない。これらの反応性乳化剤は1種又は2種以上を組み合わせ使用するか、又は通常の乳化剤と組み合わせ使用することができる。このような乳化剤の使用量は、全単量体の質量を基準として、5～50質量%が好ましく、更に好ましくは10～40質量%である。

【0045】（重合開始剤）重合開始剤としては、水溶性又は油溶性の過硫酸塩、過酸化物、アゾ系化合物、過酸化物と亜硫酸塩等の還元剤を組み合わせたレドックス組成物等を使用できる。例えば、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過酸化水素、トープチルハイドロパーオキシド、トープチルパーオキシルベンゾエート、2, 2-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2-アゾビス（2-ジアミノプロパン）ハイドロクロライド、2, 2-アゾビス（2, 4-ジメチルバレロニトリル）等が挙げられる。なかでも、重合方法を単量体の移動が起こらない懸濁重合で行うことが好ましいため、単量体に可溶な重合開始剤が好適に用いられる。このような重合開始剤の使用量は、全単量体の質量を基準として、0.01～10質量%が好ましく、更に好ましくは0.05～5質量%である。

【0046】尚、本発明の実施態様にかかる着色樹脂微粒子には、重合性不飽和単量体、着色剤、乳化剤、重合開始剤の他に、紫外線吸収剤、酸化防止剤或いは顕色向上剤等の添加剤を添加してもよい。

【0047】次に本発明の一実施態様にかかる着色樹脂微粒子水分散体の製造方法を構成する重合性不飽和単量体の重合工程について説明する。当該重合工程においては、例えば、プレ乳化法を用いた乳化重合及び懸濁重

合法を用いることができる。乳化重合法と懸濁重合法とは水を媒体とする点で似ているが、乳化重合法は重合開始剤として単量体に不溶の重合開始剤を用い、一方、懸濁重合法は単量体に可溶の重合開始剤を用いる点で異なっている。これにより乳化重合と懸濁重合は全く異なった重合機構に従うことになる。

【0048】即ち、懸濁重合法では、重合が各単量体粒子内で進行するのに対し、乳化重合法は系内の乳化剤と少量の単量体とで形成されたミセルに重合開始剤が拡散することで重合が開始され、これに単量体油滴から単量体が供給されて重合が進行するものである。本発明においては、転相法を用いたブレ乳化によって着色剤を含有した単量体の粒子を形成させ、この粒子をそのままの形状を保たせて重合させることにより着色樹脂微粒子を得ることが好ましい。よって単量体粒子から単量体の移動が起こらない系である懸濁重合法で行うことが好ましい。

【0049】従来の懸濁重合法は、単量体が安定な分散状態を保つためにポリビニルアルコール等の安定剤を加え、激しく攪拌して単量体を分散させながら重合を行っていた。このため、一般的には乳化重合と比較すると粒子径が大きく多分散な粒子が得られることが知られていた。これに対し、本発明の方法を用いれば、転相乳化法を用いたブレ乳化により安定で且つ均一な小粒径の単量体粒子を形成させることができ、これを懸濁重合した粒子も同様に均一で小粒径のものが得られると推測される。

【0050】重合後に得られる着色樹脂微粒子の平均粒子径としては500nm以下であることが好ましく、更に好ましくは200nm以下であることが好ましい。このような数値範囲内とした場合、長期保存によっても沈降が起こりにくく、優れた分散安定性が保持される。

又、上記範囲内の平均粒子径をもつ着色樹脂微粒子を形成させるために転相乳化後の単量体粒子の平均粒子径としては500nm以下であることが好ましく、更には200nm以下であることが好ましい。尚、上記した方法によって直接得られるのは、正確には着色樹脂微粒子が水性媒体に分散しているものであり、本発明においてはこれを便宜的に、着色樹脂微粒子の水分散体と称する。そして本発明にかかる着色樹脂微粒子を用いてインクを製造する場合には、得ようとするインクの組成に応じて、着色樹脂微粒子の水分散体を用いても良く、又着色樹脂微粒子の水分散体から水を定法（例えば蒸留、遠心分離、ろ過、スプレードライなど）を利用して除去し、着色樹脂微粒子として取り出した後に、適当な液媒体、例えば水性媒体や油性媒体に再度分散させてインク化してもよい。

【0051】本発明により製造される着色樹脂微粒子は、耐水性が良好で且つこれを用いて得られるインク画像の耐候性や耐擦過性が良好であり、分散安定性に優れ

ることから各種記録用インクの色材として好適に用いることができる。特に水への分散性が良好であることから水性のインクジェット用インクとして好適に用いられる。

【0052】本発明の着色樹脂微粒子を用いたインクは、着色樹脂微粒子が水性媒体に分散状態を保持されて構成される。そして水性媒体の構成成分としては少なくとも水を含むことが好ましい。インク全質量に占める水の質量割合としては、例えば、20～95質量%、特に40～95質量%、更には60～95質量%であることが好ましい。

【0053】又、水性媒体には水溶性有機溶剤を含有させてもよい。インク中の水溶性有機溶剤の量は、インク全量の2～60質量%であることが好ましい。具体的な水溶性有機溶剤としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、sec-ブチルアルコール、tert-ブチルアルコール等の炭素数1～4のアルキルアルコール類、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等のアミド類、アセトン等のケトン類、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等のポリアルキレングリコール類、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、チオジグリコール、ヘキシレングリコール、ジエチレングリコール等のアルキレン基が2～6個の炭素原子を含むアルキレングリコール類、グリセリン、エチレングリコールモノメチル（又はエチル）エーテル、ジエチレングリコールモノメチル（又はエチル）エーテル等の多価アルコールの低級アルキルエーテル類、N-メチル-2-ピロリドン、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、スルホラン、ジメチルサルフォオキサイド、2-ピロリドン、ε-カプロラクタム等の環状アミド化合物及びスクシンイミド等のイミド化合物等が挙げられる。

【0054】本発明にかかるインクは、熱的エネルギー或いは機械的エネルギーによって記録ヘッドからインクを吐出させ記録媒体に付着させて画像を記録するインクジェット記録方法に好適に用いられるものである。そして本態様にかかるインクをインクジェット記録用途に特に適したものとする場合、インクの25℃における物性として、表面張力が15～60dyn/cm、更には20～50dyn/cm、粘度を15cP以下、特に10cP以下にすることが好ましい。又、pHの範囲としては、3～11が好ましく、更に好適な範囲は3.5～10である。

【0055】そしてかかる特性を達成し得る具体的なインク組成としては、例えば、後述する実施例に用いた各種インクを挙げることができる。尚、本発明の実施態様

10

20

30

40

50

13

にかかるインクには、上記のようにして得られた着色樹脂微粒子の他に、界面活性剤、pH調整剤、防微剤等各種の添加剤を添加してもよい。

【0056】又、本発明の実施態様にかかるインクを用いた記録方法に使用される記録媒体としては、特に限定されるものではなくコピー用紙、ボンド紙等の普通紙やインクジェット記録用に特別に調整されたコート紙、光沢紙やOHPフィルム等が挙げられる。

【0057】本発明のインクは、熱エネルギーの作用により液滴を吐出させて記録を行うインクジェット記録方式にとりわけ好適に用いられるが、他のインクジェット記録方法や一般の筆記用具としても使用できることはいうまでもない。

【0058】本発明のインクを用いて記録を行うのに好適な記録装置としては、記録ヘッドの室内のインクに記録信号に対応した熱エネルギーを与え、該エネルギーにより液滴を発生させる装置が挙げられる。

【0059】その主要部である記録ヘッド構成例を、図1、図2及び図3に示した。ヘッド13は、インクを通す溝14を有するガラス、セラミックス、又はプラスチック板等と、感熱記録に用いられる発熱抵抗体を有する発熱ヘッド15（図ではヘッドが示されているが、これに限定されるものではない）とを接着して得られる。発熱ヘッド15は、酸化シリコン等で形成される保護膜16、アルミニウム電極17-1、17-2、ニクロム等で形成される発熱抵抗体層18、蓄熱層19、アルミナ等の放熱性のよい基板20より成っている。

【0060】インク21は、吐出オリフィス（微細孔）22まで満たされており、圧力Pによりメニスカス23を形成している。図4に、上記したようなヘッドを組み込んだインクジェット記録装置の1例を示す。図4において、61はワイピング部材としてのブレードであり、その一端は、ブレード保持部材によって保持されて固定端となり、カンチレバーの形態をなす。ブレード61は、記録ヘッドによる記録領域に隣接した位置に配設され、又、図4に示した例の場合は、記録ヘッドの移動経路中に突出した形態で保持される。62はキャップであり、ブレード61に隣接するホームポジションに配設され、記録ヘッドの移動方向と垂直な方向に移動して、吐出面と当接しキャッピングを行う構成を備える。更に、63は、ブレード61に隣接して設けられるインク吸収体であり、ブレード61と同様、記録ヘッドの移動経路中に突出した形態で保持される。

【0061】上記ブレード61、キャップ62、吸収体63によって吐出回復部64が構成され、かかる吐出回復部64によって、ブレード61及び吸収体63によってインク吐出口面の水分、塵やほこり等の除去が行われる。65は、吐出エネルギー発生手段を有し、吐出口を配した吐出口面に対向する被記録材にインクを吐出して記録を行う記録ヘッド、66は、記録ヘッド65を搭載

14

して記録ヘッド65の移動を行うためのキャリッジである。キャリッジ66は、ガイド軸67と摺動可能に係合し、キャリッジ66の一部は、モータ68（不図示）によって駆動されるベルト69と接続している。これにより、キャリッジ66は、ガイド軸67に沿った移動が可能となり、記録ヘッド65による記録領域及びその隣接した領域の移動が可能となる。

【0062】51は、被記録材を挿入するための給紙部、52は不図示のモータにより駆動される紙送りローラである。これらの構成によって記録ヘッドの吐出口面と対向する位置へ被記録材が給紙され、記録が進行するにつれて、排紙ローラ53を配した排紙部へ排紙される。上記構成において、記録ヘッド65が記録終了等でホームポジションに戻る際、ヘッド回復部64のキャップ62は記録ヘッド65の移動経路から退避しているが、ブレード61は移動経路中に突出している。この結果、記録ヘッド65の吐出口面がワイピングされる。尚、キャップ62が記録ヘッド65の吐出面に当接してキャッピングを行う場合、キャップ62は記録ヘッドの移動経路中へ突出するように移動する。

【0063】記録ヘッド65がホームポジションから記録開始位置へ移動する場合、キャップ62及びブレード61は、上記したワイピング時の位置と同一の位置にある。この結果、この移動においても、記録ヘッド65の吐出口面はワイピングされる。上記した記録ヘッドのホームポジションへの移動は、記録終了時や吐出回復時ばかりでなく、記録ヘッドが記録のために記録領域を移動する間に所定の間隔で記録領域に隣接したホームポジションへ移動し、この移動に伴って、上記ワイピングが行われる。

【0064】図5は、ヘッドに、インク供給部材、例えば、チューブを介して供給されるインクを収容したインク収容部を具備しているインクカートリッジ45の一例を示す断面図である。ここで、40は供給用インクを収容したインク収容部、例えば、インク袋であり、その先端にはゴム製の栓42が設けられている。この栓42に針（不図示）を挿入することにより、インク袋40中のインクをヘッドに供給可能にできる。44は、廃インクを受容するインク吸収体である。

【0065】本発明で使用されるインクジェット記録装置としては、上記の如きヘッドとインクカートリッジとが別体となったものに限らず、図6に示すようにそれらが一体になったものも好適に用いられる。図6において、70は記録ユニットであって、この中にはインクを収容したインク収容部、例えば、インク吸収体が収納されており、かかるインク吸収体中のインクが複数のオリフィスを有するヘッド部71からインク滴として吐出される構成になっている。72は、記録ユニット内部を大気に連通させるための大気連通口である。この記録ユニット70は、図4で示す記録ヘッド65に代えて用いら

れるものであって、キャリッジ66に対して着脱自在になっている。

【0066】

【実施例】以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、本発明は、その要旨を越えない限り、下記実施例により限定されるものではない。尚、以下の記載において「部」又は「%」とあるものは特に断らない限り質量基準である。

【0067】〔実施例1～7及び比較例1 着色樹脂微粒子水分散体の調製・評価結果〕

(着色樹脂微粒子水分散体の調製)

<実施例1>重合性不飽和単量体としてスチレン40部及び2-エチルヘキシルアクリレート(以下2-EHAと略す)60部、着色剤としてフタロシアニンブルー(C. I. PB15:3)と塩化ビニル酢酸ビニルの共重合体からなる加工顔料「マイクロリス・ブルー4GKP」(商品名 顔料濃度50%:チバスペシャルティエケミカルズ(株)製)25部、乳化剤として反応性乳化剤「アクアロンBC-20」(商品名 第一工業製薬株式会社製)20部及び重合開始剤として2, 2-アゾビスイソブチロニトリル3. 6部をスリーワンモーター(佐竹化学機械工業株式会社製)にて均一になるまで混合撹拌した。

【0068】その後均一混合液を高粘度用卓上ニーダー(入江商会社製 商品名 PNV-1)に投入し、回転数52rpmで撹拌しながら徐々に水を添加した。水の添加につれ増粘し始め、約100部を加えた辺りからチキソ性がでてきたが均一に混合撹拌され、約130部の水を加えた時点で急激に粘度が低下し、転相が起きたことが確認された。その後水以外の成分が20%になるように水を添加した。この乳化分散液を重合装置(撹拌機、還流冷却器及び窒素ガス流入管を備えた重合装置)に入れ、窒素気流下75℃に昇温して24時間重合を行ない、着色樹脂微粒子水分散液を得た。

【0069】<実施例2>実施例1と同様に調製した均一混合液を高粘度用卓上ニーダー(入江商会社製商品名 PNV-1)に投入した。回転数52rpmで混合撹拌しながら適宜10, 000rpmのハイフレックスデイスパーサー(エスエムテ社製 商品名 HG-92)でより混合撹拌を進めながら水を添加していった。水の添加につれ増粘しチキソ性が発現したが、常に均一な状態に撹拌混合ができた。水を約120部添加した時点で粘度が低下し始めたので、ハイフレックスの回転数を18, 000rpmまで上げ、更に徐々に水を加えながら転相乳化を進めた。粘度の急激な低下を得た後、水以外の成分が20%になるように水を添加し、実施例1と同様に重合を行ない、着色樹脂水分散液を得た。

【0070】<実施例3>重合性不飽和単量体としてメチルメタクリレート21部及び2-EHA49部、着色剤として塩化ビニル酢酸ビニルの共重合体からなる加

工顔料「マイクロリス・ブルー4GKP」(商品名 顔料濃度50%:チバスペシャルティエケミカルズ(株)製)42部、乳化剤として反応性乳化剤「アクアロンHS-10」(商品名 第一工業製薬株式会社製)14部及び重合開始剤として2, 2-アゾビスイソブチロニトリル2. 5部をスリーワンモーター(商品名 佐竹化学機械工業株式会社製)にて均一になるまで混合撹拌した。

【0071】その後均一混合液をサタケ実験用ニーダー(佐竹化学機械工業社製 商品名KC-07)に投入し、回転数90rpmで撹拌しながら徐々に水を添加した。水の添加につれ増粘し始め、約60部を加えた辺りからチキソ性がでてきたが均一に混合撹拌され、約90部の水を加えた時点で急激に粘度が低下し、転相が起きたことが確認された。その後水以外の成分が20%になるように水を添加した。この乳化分散液を重合装置(撹拌機、還流冷却器及び窒素ガス流入管を備えた重合装置)に入れ、窒素気流下75℃に昇温して24時間重合を行ない、着色樹脂微粒子水分散液を得た。

【0072】<実施例4>実施例3と同様に調製した均一混合液をサタケ実験用ニーダー(佐竹化学機械工業社製 商品名 KC-07)に投入した。回転数90rpmで混合撹拌しながら適宜10, 000rpmのクレアミックス(エム・テクニク社製 CLM-0. 8S)でより混合撹拌を進めながら水を添加していった。水の添加につれ増粘しチキソ性が発現したが、常に均一な状態に撹拌混合ができた。水を約120部添加した時点で粘度が低下し始めたので、クレアミックスの回転数を20, 000rpmまで上げ、更に徐々に水を加えながら転相乳化を進めた。粘度の急激な低下を得た後、水以外の成分が20%になるように水を添加し、実施例3と同様に重合を行ない、着色樹脂水分散液を得た。

【0073】<実施例5>重合性不飽和単量体としてスチレン200部及びn-ブチルアクリレート(以下n-BAと略す)300部、着色剤として着色剤としてフタロシアニンブルー(C. I. PB15:3)と塩化ビニル酢酸ビニルの共重合体からなる加工顔料「マイクロリス・ブルー4GKP」(商品名 顔料濃度50%:チバスペシャルティエケミカルズ(株)製)350部、乳化剤として反応性乳化剤「アクアロンHS-20」(商品名 第一工業製薬株式会社製)100部及び重合開始剤として2, 2-アゾビスイソブチロニトリル72部をスリーワンモーター(商品名佐竹化学機械工業株式会社製)にて均一になるまで混合撹拌した。

【0074】その後均一混合液をプラネタリーミキサー(浅田鉄工社製 商品名 PVM-5)に投入し、回転数162rpmで撹拌しながら徐々に水を添加した。水の添加につれ増粘し始め、約300部を加えた辺りからチキソ性がでてきたが均一に混合撹拌され、約450部の水を加えた時点で急激に粘度が低下し、転相が起きた

10

20

30

40

50

17

ことが確認された。その後水以外の成分が20%になるように水を添加した。この乳化分散液を重合装置（攪拌機、還流冷却器及び窒素ガス流入管を備えた重合装置）に入れ、窒素気流下75℃に昇温して24時間重合を行ない、着色樹脂微粒子水分散液を得た。

【0075】＜実施例6＞実施例5と同様に調製した均一混合液をプラネタリーミキサー（浅田鉄工社製商品名 PVM-5）に投入し、回転数162rpmで攪拌しながら徐々に水を添加した。回転数162rpmで混合攪拌しながら適宜10,000rpmのクレアミックス（エム・テック社製 商品名 CLM-0.8S）でより混合攪拌を進めながら水を添加していった。水の添加につれ増粘しチキソ性が発現したが、常に均一な状態に攪拌混合ができた。水を約400部添加した時点で粘度が低下し始めたので、クレアミックスの回転数を20,000rpmまで上げ、更に徐々に水を加えながら転相乳化を進めた。粘度の急激な低下を得た後、水以外の成分が20%になるように水を添加し、実施例5と同様に重合を行ない、着色樹脂水分散液を得た。

【0076】＜実施例7＞重合性不飽和単量体としてメチルメタクリレート160部、スチレン160部、2-EHA160部及びn-ブチルアクリレート320部、着色剤として着色剤としてフタロシアニンブルー（C.I. PB15:3）と塩化ビニル-酢酸ビニルの共重合体からなる加工顔料「マイクロリス・ブルー4GKP」（商品名顔料濃度50%：チバスペシャリティケミカルズ（株）製）480部、乳化剤として反応性乳化剤「アデカリアソープSE-20N」（商品名 旭電化工業社製）160部及び重合開始剤として2,2-アゾビスイソブチロニトリル28部をスリーワンモーター（商品名 佐竹化学機械工業株式会社製）にて均一になるまで混合攪拌した。

【0077】その後均一混合液をハーモテック（エム・テックス社製 商品名 HMT-CA-2.0）に投入し、アンカー部の回転数を65rpm、クレアミックスローター部の回転数を7,000rpmで攪拌しながら徐々に水を添加した。水の添加につれ増粘し始め、約200部を加えた辺りからチキソ性がでてきた。更に水の添加つれローター部に回転数を20,000rpmまであげて混合攪拌を行なった。約750部の水を加えた時点で急激に粘度が低下し、転相が起きたことが確認された。その後水以外の成分が20%になるように水を添加した。この乳化分散液を重合装置（攪拌機、還流冷却器及び窒素ガス流入管を備えた重合装置）に入れ、窒素気流下75℃に昇温して24時間重合を行ない、着色樹脂微粒子水分散液を得た。

【0078】＜比較例1＞メタクリル酸メチル4部及びアクリル酸n-ブチル6部の混合液に高分子分散剤Disperbyk161（商品名 ビックケミ・ジャパン（株）製）を固形分換算量で1部を溶解した液、フタロ

18

シアニンブルー（C.I. PB15:3）1部及び直径0.5mmのガラスビーズ10部を加え、サンドミルで16時間分散した。

【0079】ガラスビーズを除去した後、重合開始剤として2,2-アゾビスイソブチロニトリル0.36部を混合する。乳化剤として反応性乳化剤「エレミノールJS-2」（商品名 三洋化成工業（株）製）2部を水53.44部に溶解させたものに、上記の着色剤溶液を添加しホモミキサーにて攪拌し、乳化物を得た。得られた乳化物を重合装置（攪拌機、還流冷却器及び窒素ガス流入管を備えた重合装置）に入れ、窒素気流下75℃に昇温して24時間重合を行い、着色樹脂微粒子水分散液を得た。

【0080】（着色樹脂微粒子分散体の評価結果）
・粒子径

着色樹脂微粒子の分散体の平均粒子径を動的光散乱法（商品名 ELS-8000；大塚電子（株）製）を用いて測定した。

【0081】・保存安定性

着色樹脂微粒子の分散体をテフロン（登録商標）容器に密閉し、60℃で2ヶ月保存し、ゲル化や沈降物の有無を目視にて評価した。評価結果は以下のように分類した。

A：ゲル化や沈降はほとんどない。

B：かすかにゲル化や沈降物が見られるが実施上問題ない。

C：ゲル化や沈降物がひどい。

評価結果を下記表1に示す。

【0082】

表1：評価結果

	粒子径 (μm)	保存安定性
実施例1	300	B
実施例2	150	A
実施例3	270	B
実施例4	130	A
実施例5	200	A
実施例6	120	A
実施例7	125	A
比較例1	830	C

【0083】〔実施例8～14及び比較例2 インクの調製・評価〕

（インクの調製）実施例1～7及び比較例1で得られた着色樹脂微粒子水性分散体を用い、各々のインクを調製した。グリセリン5部、エチレングリコール5部、トリメチロールプロパン5部及びアセチレノールEH1質量

部に、得られた着色樹脂微粒子水性分散体を50部添加し攪拌する。これを、濾過して実施例8～14及び比較例2のインクを得た。

【0084】（インクの評価結果）こうしてでき上がった8種類のインクをカラーBJプリンター（商品名：BJC-420J；キヤノン（株）社製）に搭載されているBJカートリッジBC-21のインクタンクに充填し、このカートリッジをBJC-420Jにセットし、360×360dpi、HQモードにて記録紙（プロフ

ォト写真用紙 PR-101；キヤノン（株）社製）に

10 印字を行った。

【0085】・保存安定性
インクをテフロン容器に密閉し、60℃で2ヶ月保存し、ゲル化や沈降物の有無を目視にて評価した。評価結果は以下のように分類した。

A：ゲル化や沈降はほとんどない。

B：かすかにゲル化や沈降物が見られるが実施上問題ない。

C：ゲル化や沈降物がひどい。

【0086】・吐出安定性

BC-21カートリッジの使い始めに1ドットの縦線を記録紙上に印字した。又、BC-21カートリッジを使い切るまでテキストの印字を行い、使い終わる直前の該カートリッジを用いて別の記録紙上に1ドットの縦線を印字した。これらの記録紙を25cm離れた距離から目視にて観察し、使い始めのカートリッジによる印字結果と使い終わり直前のカートリッジによる印字結果を以下の基準にて評価した。

A：両者に全く差異が見られない。

B：使い終わり直前のカートリッジで印字した縦線の一部にドット着弾ずれが認められるものの、直線として認識できる。

C：使い終わり直前のカートリッジで印字した縦線にドット着弾ずれがはっきりと認められ、又、縦線がずれて認識できる。

【0087】・発色性の評価

ベタ画像を印字後12時間放置し、反射濃度計マクベスRD-918（マクベス社製）を使用して画像濃度を測定し、評価結果を以下のように分類した。

A：画像濃度 1.50以上

B：画像濃度 1.30以上1.50未満

C：画像濃度 1.30未満

評価結果を下記表2に示す。

【0088】

表2：評価結果

インク	保存安定性	吐出安定性	画像濃度
実施例8	B	A	B
実施例9	A	A	B
実施例10	B	A	A
実施例11	A	A	A
実施例12	A	A	A
実施例13	A	A	A
実施例14	A	A	A
比較例2	C	C	C

【0089】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、耐水性と耐候性、耐擦過性を備えた色濃度の高い画像を与え、且つ分散安定性にも優れ、インクの色材として有用な着色樹脂微粒子を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 インクジェット記録装置のヘッド部の縦断面図。

【図2】 インクジェット記録装置のヘッド部の横断面図。

【図3】 インクジェット記録装置のヘッド部の外観斜視図。

【図4】 インクジェット記録装置の一例を示す斜視図。

【図5】 インクカートリッジの縦断面図。

【図6】 記録ユニットの斜視図。

【符号の説明】

13：ヘッド

14：溝

15：発熱ヘッド

16：保護膜

17-1、17-2：アルミニウム電極

18：発熱抵抗体層

19：蓄熱層

20：基板

21：インク

22：吐出オリフィス（微細孔）

23：メニスカス

25：被記録材

28：発熱ヘッド

40：インク袋

42：栓

44：インク吸収体

45：インクカートリッジ

21

22

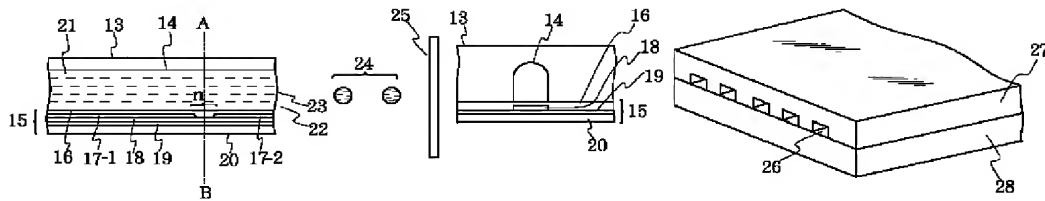
51: 給紙部
 52: 紙送りローラ
 53: 排紙ローラ
 61: ワイピング部材
 62: キャップ
 63: インク吸収体
 64: ヘッド回復部
 65: 記録ヘッド

66: キャリッジ
 67: ガイド軸
 68: モータ
 69: 駆動ベルト
 70: 記録ユニット
 71: ヘッド部
 72: 大気連通口

【図1】

【図2】

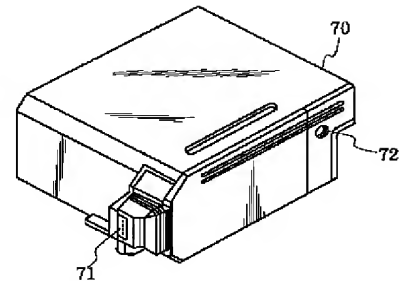
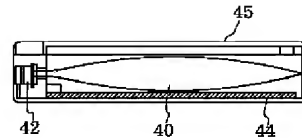
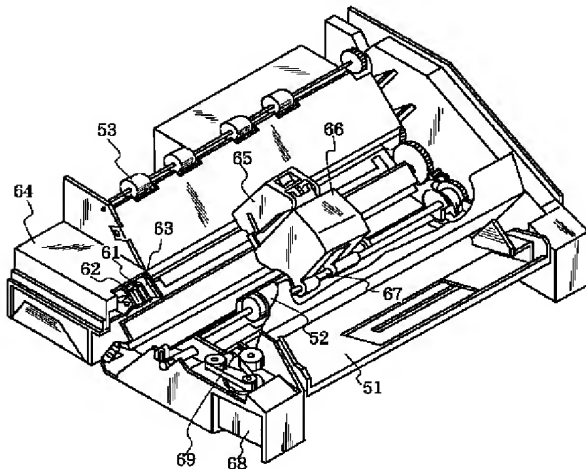
【図3】



【図4】

【図5】

【図6】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーマコード^{*}(参考)

C 0 8 F 2/18

C 0 8 F 2/24

A

2/24

C 0 9 D 11/00

C 0 9 D 11/00

B 4 1 J 3/04

1 0 1 Y

(72)発明者 檀上 桂志

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
 ノン株式会社内

(72)発明者 遠藤 真紀子

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
 ノン株式会社内

(72)発明者 酒井 淳一

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
 ノン株式会社内

F ターム(参考) 2C056 EA13 FC01 FC02 KC21
2H086 BA02 BA53 BA54 BA55 BA59
4J011 DA01 DA03 DB03 JA06 JB26
KA04 KA06 KA14 KA15 KA21
KB29 PA03 PB19 PB25 PC02
PC06 PC07
4J039 AB02 AD03 AD04 AD05 AD08
AD09 AD14 BA04 BA12 BC07
BC16 BC19 BC20 BC36 BC39
BC44 BC50 BC51 BC54 BC56
BC60 BE01 BE12 BE22 BE26
CA06 DA02 EA03 EA34 EA36
EA38 EA44 GA24